

3  
⑯ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑰ Patentschrift  
⑩ DE 41 10 252 C 1

⑮ Int. Cl. 5:  
**C 12 H 1/06**

B 01 D 15/02  
B 01 D 37/02  
B 03 B 1/00  
A 23 L 2/30  
A 61 K 9/08  
B 01 J 20/26  
B 01 J 20/24  
B 01 J 20/08  
B 01 J 20/28  
B 01 J 20/34  
// D 01 F 2/00, 6/04,  
6/80, 6/86

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

⑳ Innere Priorität: ⑲ ⑳ ⑳

02.06.90 DE 40 17 855.2

㉑ Patentinhaber:

Schenk-Filterbau GmbH, 7078 Waldstetten, DE

㉒ Vertreter:

Jackisch, W., Dipl.-Ing., Pat.-Anw.; Kerkhof, M.,  
Rechtsanw.; Wasmuth, R., Dipl.-Ing., Pat.-Anw., 7000  
Stuttgart

㉓ Erfinder:

Oechsle, Dietmar, Dipl.-Chem. Dr., 7070 Schwäbisch  
Gmünd, DE; Baur, Wolfgang, Dipl.-Ing., 7078  
Waldstetten, DE; Gottkehaskamp, Ludger, Dipl.-Ing.,  
7070 Schwäbisch Gmünd, DE

㉔ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit  
in Betracht gezogene Druckschriften:

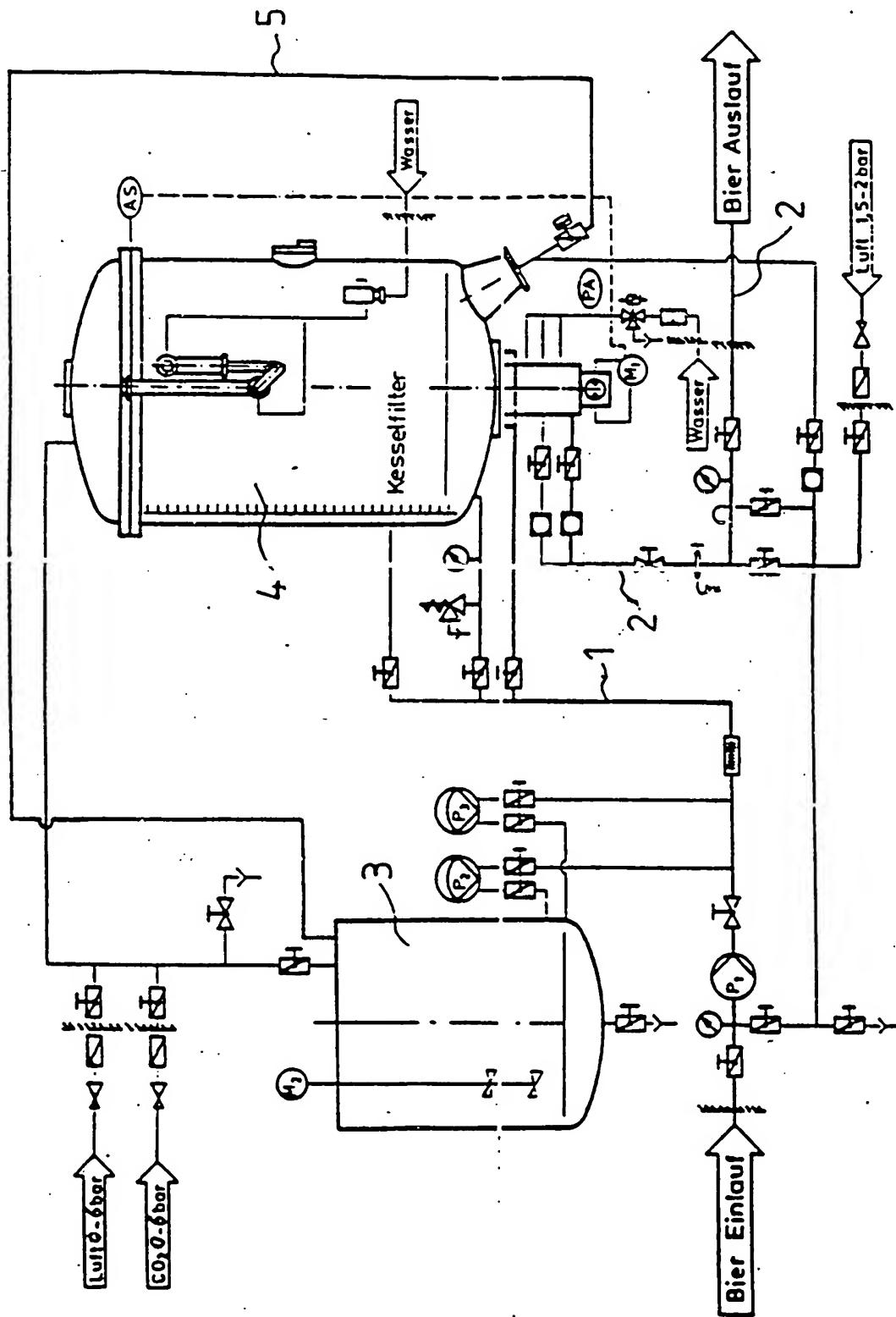
DE-AS 10 10 058  
DE 38 26 378 A1  
EP 00 31 522 B1  
WO 86 05 511

㉕ Verfahren zum Filtern von Getränken, chemischen, pharmazeutischen oder ähnlichen Flüssigkeiten

㉖ Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Filtern von Getränken und anderen Flüssigkeiten. Bei bekannten Verfahren werden als Filterhilfsmittel Gieselgur, Perlite, Zellulosefasern usw. benutzt, die weggeworfen werden müssen. Hierdurch ergeben sich erhebliche Umweltprobleme. Nach der Erfindung bleibt die filtrationsaktive Struktur der eingesetzten Filterhilfsmittel erhalten, so daß diese beliebig oft wiederverwendet werden können. Nach der Erfindung wird eine Mischung von Filterhilfsmitteln unterschiedlicher morphologischer und physikalischer Komponenten verwendet, die sich mindestens aus zwei Bestandteilen aufbaut, nämlich einer Komponente aus spezifisch schwerem, chemisch beständigem Metall- und/oder Metallocid- und/oder Kohlenstoffteilchen faseriger und/oder körniger Struktur und einer weiteren den Filterkuchen aufbauenden, sein Volumen vergrößernde Komponente aus Kunststoff- und/oder Zellulosefasern mit einer Faserlänge von 1 bis 5000 µm und einer Faserdicke von 0,5 bis 100 µm. Zur Erhöhung der Filtrations schärfe des Filterkuchens aus den vorgenannten Bestandteilen kann diesem eine weitere Komponente hinzugefügt werden, die aus fibrillierten bzw. eingerollten Kunststoff- und/oder Zellulosefasern besteht, die vorzugsweise eine Faserlänge von 500 bis 5000 µm und eine Faserdicke von 0,5 bis 20 µm haben. Die Komponenten werden zu einem homogenen Gemisch intensiv vermisch und dem zu filternden Getränk zudosiert.

DE 41 10 252 C 1

DE 41 10 252 C 1



## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Filtrieren von Getränken, chemischen, pharmazeutischen oder ähnlichen Flüssigkeiten durch Abtrennen unlöslicher Teilchen bzw. solchen mit kolloiden Strukturen aus der Flüssigkeit, bei welchem verschiedene Filterhilfsmittel (nachstehend abgekürzt FHM) – Komponenten der unbehandelten, also Trubstoffe aufweisenden Flüssigkeit (Unfiltrat), zwecks Bildung eines Filterkuchens durch Anschwemmen zudosiert werden, danach die nach der Anschwemmung im Filterkuchen zurückgehaltenen Feststoffteilchen herausgespült und die Filterhilfsmittel sowie etwa zugegebene Stabilisierungsmittel zwecks Wiederverwendung regeneriert werden entsprechend den Merkmalen des Gattungsbegriffes des Anspruches 1.

Es ist bei der Filtration von Flüssigkeiten, insbesondere feststoffhaltigen Suspensionen, bekannt, zusätzlich zu dem eigentlichen Filter, beispielsweise den mechanischen Filterelementen, eines Kesselfilters Filterhilfsmittel einzusetzen. Sie sollen bei Suspensionen mit nur wenig Feststoff die Bildung eines Filterkuchens ermöglichen, der von der Oberfläche der Filterelemente abnehmbar ist oder bei schleimigen Feststoffen den sich bildenden sehr dichten Kuchen auflockern. Die Filterhilfsmittel werden der zu filternden Suspension unmittelbar zugesetzt und zu einem Kuchen zwecks Vorklärung des Unfiltrats angeschwemmt (Anschwemmfiltration). Gebräuchliche FHM sind Zellulose, Kieselgel, Kieselgur, Perlite, Holzkohle, Holzmehl und ähnliche Stoffe. Sie wirken durchweg physikalisch-mechanisch, verändern also nicht die chemische Zusammensetzung der Flüssigkeit und sind unlöslich. Bei ihrer Anschwemmung ergeben sich im Filterkuchen zahlreiche Kapillaren, die klein genug sind, um die Feststoffe zurückzuhalten, aber auch zahlreich genug, um eine optimale Durchlässigkeit zu gewährleisten. Klassische Filter zur Vorklärung sind Rahmen- oder Kesselfilter; die bei diesen verwendeten FHM sind nach ihrer Erschöpfung unbrauchbar und müssen als Abfall weggeworfen und entsorgt werden.

In Fällen, wo diese Vorklärung (Vorfiltration) allein nicht den gestellten hohen Qualitätsanforderungen entspricht, z. B. bei hochwertigen Getränken wie Bier oder Wein, z. B. den Anforderungen an die sogenannte Glanzfeinheit oder biologische Haltbarkeit, wird zusätzlich eine Nachklärung, eine sogenannte Sterilisations- bzw. Entkeimungsfiltration durchgeführt. Hierzu werden Schichtenrahmenfilter bzw. tellerartig angeordnete Filterelemente in Kesselfiltern, beidseitig belegte Filterschichten in Filtermodulen und/oder Membranfilter eingesetzt. Als Rohstoffe für Schichtenfilter oder Filterschichten werden organische und anorganische, meist faserige oder körnige Stoffe, beispielsweise Zellulosen aus Hölzern, Baumwolle, Kunststoff-Fasern, Kieselgur, Perlite,  $\alpha$ -Aluminiumoxid sowie Kaolin verwendet.

Dabei dienen Kieselguren zur Steigerung der Filtrationsaktivität und Perlite zur Auflockerung des Schichtgefüges und damit zur Vergrößerung des Brennvolumens bzw. des Trubvolumens. Da beide Stoffe mehlig sind, schwächen sie die mechanische Festigkeit der Filterschicht, so daß bei Druckstößen, beispielsweise infolge Fehlbehandlung oder Fehlbedienung, die Filterschichten, insbesondere solche bei der Sterilfiltration, durchbrechen können, wodurch die Qualität der Filtration stark beeinträchtigt werden kann. Sicherheitshal-

ber werden solchen Filtern stromabwärts, also auf der Sterilseite, häufig noch Sterilfilter mit seiner Porengröße und einer Siebwirkung, beispielsweise Membranfilter mit elastischen Materialien, nachgeschaltet. Um die Belastung der Umwelt mit bei diesen bekannten Verfahren in großem Umfang anfallenden unbrauchbaren Filterhilfsmitteln, die unter erheblichem Kostenaufwand auf Deponien gelagert werden müssen, einzuschränken, sind Verfahren zur Verlängerung der Standzeiten dieser FHM bekanntgeworden. In der DE-OS 36 26 378 ist ein Verfahren für die Anschwemmfiltration von Getränken offenbart, bei welchem ein chemisch regenerierbares Filtermaterial aus pulverförmigem  $\alpha$ -Aluminiumoxid verwendet wird.

In der PCT-Anmeldung Veröffentlichungs-Nr. WO 86/05 511 ist ein Verfahren zum Nachklären und Stabilisieren von Polyphenole und/oder Eiweißstoffe enthaltenden Flüssigkeiten beschrieben, bei welchem die nachzuklärende und zu stabilisierende Flüssigkeit mittels einer Zentrifuge vorgeklärt, dann mit einem Gemisch aus Polyphenole und Eiweißstoffe adsorbierende Stabilitätsmittel und Feinstaubstoffe zurückhaltende FHM vermischt wird, worauf dieses als Suspension in eine für die Retention von Feststoffen geeignete Vorrichtung überführt wird. Der sich in dieser Vorrichtung aufbauende Feststoffkuchen wird nach Beendigung der Flüssigkeitsbehandlung regeneriert, um die FHM und das regenerierbare Stabilisierungsmittel zurückzugeben. Dies geschieht mittels 1- bis 2%iger wäßriger NaOH-Lösung bei einer Temperatur von 50 bis 60°C. Dabei werden die an sich bekannten FHM-Komponenten, nämlich Kieselguren, Perlite, Zellulosefasern und/oder -granulate, beispielsweise Polyamide, halogenisiertes Polyäthylen und/oder Polypropylen, insbesondere fluorisiertes Polyäthylen, verwendet. Bei den bekannten, bei diesem Verfahren eingesetzten Filtermitteln verändert sich bei der chemischen Regeneration ihre filtrationsaktive Struktur so stark, daß die Filtrationseigenschaften in hohem Maße negativ beeinflußt werden und die Permeabilität und Filtrationsschärfe der FHM sich verändern und nach entsprechender Standzeit entsorgt werden muß. Ein anderes auf dem Markt befindliches Filterverfahren benutzt einen in sich geschlossenen Filter, der aus zwei Deckeln besteht und je nach Filtrationsleistung mehrere Filterelemente hat. Diese Filterelemente könnten auf Hubstangen durch eine spezielle Hubvorrichtung verschoben werden. Zur Vorklärung und/oder Nachklärung werden Zellulose, Perliten, Kieselgur und Kunststoff-Fasern verwendet, die auf den horizontalen Filterelementen mit Warmwasser gespült werden können. Eine Regeneration erfolgt mit chemischen Mitteln außerhalb des Filtergerätes. Auch bei diesem bekannten Verfahren müssen die verwendeten FHM trotz Verlängerung der Standzeit als Abfall unter erheblichem Aufwand entsorgt werden.

Aus EP 00 31 522 B1 ist ein Verfahren zum Filtrieren von Getränken, insbesondere von Bier, nach dem Anschwemmfiltrationsverfahren bekannt, bei welchem als FHM ein Mittel eingesetzt wird, das ganz oder teilweise aus Fasern aus praktisch reiner Kieselsäure mit einer Stapellänge von etwa 30 bis 7000  $\mu\text{m}$  und einem Durchmesser von etwa 4 bis 20  $\mu$  besteht. Die Kieselsäure wird gewonnen, indem wasserhaltiges Natronwasserglas trocken verspinnt und die erhaltenen Wasserglasfasern zur Umwandlung des Natriumsilikats in Kieselsäure mit wäßrigen, wasserstoffionenhaltigen Säure- oder Salzlösungen behandelt wird. Dabei kann auch ein FHM verwendet werden, das Kieselsäurefa-

sern enthält, denen bis zu 50 Gew.-% Faserkurzschnitt aus organischen Fasern beigemengt ist.

Aus der DE-AS 10 10 058 geht hervor, daß bei einem Verfahren zur Herstellung eines Filterhilfsmittels für Bier oder dgl. entfettetes Aluminiumblättchenpulver in heißem Wasser so behandelt wird, daß es sich mit einer Böhmischtücher überzieht. Ein so behandeltes Aluminiumblättchenpulver soll allein oder in Mischung mit Guinen oder anderen FHM eine Verbesserung der biologischen Beschaffenheit und der Glanzfeinheit von Bier oder dgl. ergeben.

Ausgehend von dem Stand der Technik nach der vorstehend beschriebenen PCT-Anmeldung WO 86/05 511 liegt der Erfundung die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zum Filtrieren von Getränken, chemischen, pharmazeutischen oder ähnlichen Flüssigkeiten gemäß Gattungsbegriff des Anspruches 1 zu schaffen, bei welchem die filtrationsaktive Struktur der eingesetzten FHM bei ihrer Regeneration erhalten bleibt, die Filtrationseigenschaften trotz wiederholten Einsatzes unverändert bleiben und das umweltbelastende Wegwerfen der FHM entfällt.

Diese Aufgabe wird bei einem Verfahren gemäß Gattungsbegriff des Anspruches 1 durch die Maßnahmen des kennzeichnenden Teiles dieses Anspruches gelöst. Die weiteren Ansprüche geben zweckmäßige Ausgestaltungen dieses Verfahrens wieder.

Bei dem erfundungsgemäßen Verfahren werden FHM-Mischungen verwendet, die gegen Säuren, Laugen, Tenside und Oxidationsmittel bei den zur Regeneration notwendigen Konzentrationen inert, also beständig sind, und dadurch bei der Regeneration ihre Filtrationseigenschaften voll aufrechterhalten. Gemäß der Erfundung wird im Vergleich zu bekannten Filterhilfsmitteln ein Filterkuchen aus einer Kombination von FHM unterschiedlicher Morphologie und physikalischer Kenngrößen aufgebaut, wodurch es möglich ist, ein- und denselben Filterkuchen zum wiederholten Male sowohl für die Vorfiltration als auch für die Nachfiltrierung nach einer Konditionierung zu verwenden. Die Komponente a) des kennzeichnenden Teils des Anspruches 1 gewährleistet eine einwandfreie Anschwemmung des FHM-Gemisches, verhindert insbesondere, daß der Filterkuchen wegschwimmt und erhöht die Stabilität sowie insbesondere die mittlere Dichte des Filterkuchengemisches. Die Komponente b) vergrößert in gewünschter Weise das anzuschwemmende Filterkuchenvolumen und damit den Trubraum. Um das Filterkuchenvolumen und damit den Trubraum zu vergrößern, kann die Komponente b) des Anspruches 1 vorteilhaft aus trockengemahlenen bzw. gekürzten Kunststoff- und/oder Zellulosefasern bestehen, die nachstehend kurz als Komponente b1 bezeichnet wird. Dabei haben vorteilhafterweise die trockengemahlenen bzw. gekürzten Kunststoff- und/oder Zellulosefasern — also die Komponente b1 — eine Faserlänge von 1 bis 5000 µm und eine Faserdicke von 2 bis 100 µm.

Werden höhere Qualitätsanforderungen an das Filter, beispielsweise bei Getränken, wie Wein oder Bier, gestellt, werden für die Komponente b) fibrillierte bzw. aufgespleißte Kunststoff- und/oder Zellulosefasern verwendet. Diese fibrillierten bzw. aufgespleißten Kunststoff- und/oder Zellulosefasern — nachstehend als Komponente b2 bezeichnet — weisen zweckmäßig eine Faserlänge von 500 bis 5000 µm und eine Faserdicke von 0,5 bis 20 µm auf. Hierdurch wird die Filtrationsfähigkeit des Filterkuchens infolge der Neigung dieser Komponente zur Verfilzung der Anschwemmung, die

auch als Quallenbildung bezeichnet wird, verbessert.

Werden sehr hohe bzw. höchste Qualitätsanforderung an die Filtration, insbesondere bei der Sterilisationsfiltration in Form einer Tiefenfiltration — also bei der Nachfiltration — gestellt, empfiehlt es sich, das Verfahren so durchzuführen, daß die Komponente b) sowohl aus trockengemahlenen bzw. gekürzten Kunststoff- und/oder Zellulosefasern — also aus der Komponente b1 — gemäß Anspruch 2 oder 3 als auch aus fibrillierten bzw. aufgespleißten Kunststoff- und/oder Zellulosefasern — also der Komponente b2 — gemäß Anspruch 4 oder 5 besteht.

Als trockengemahlene bzw. gekürzte Zellulosefasern können solche verwendet werden, wie sie beispielsweise in dem Aufsatz "Filtermedien im Raster-Elektronenmikroskop (REM)" von F. Brenner und D. Oechsle in der Brauwelt, Jahrgang 125 (1985), Heft 4, S. 130 – 137 (vgl. dort Abb. 11) und in dem Aufsatz "Struktur und Wirkungsweise verschiedener Filtermedien bei der Flüssigkeitsfiltration" von Dr. D. Oechsle und Dipl.-Ing. H.-U. Fetterpeil in der Zeitschrift "confructa" 1/85 (vgl. dort Abb. 7) dargestellt sind und Bestandteile der Komponente b1 bilden können. Dieselben Literaturstellen zitieren auch in den Abb. 12 (Brauwelt) und 8 (confructa) astersfreie Filterflocken feinstfibrilliert, wie sie für die Komponente b2 geeignet sind.

Die spezifisch schwere Mischkomponente a) nach Anspruch 1 besteht bei dem erfundungsgemäßen Verfahren aus folgenden Einzelbestandteilen oder aus Mischungen dieser Bestandteile, nämlich hochkalzinierte Oxide, vorzugsweise  $\alpha$ -Aluminiumoxid, Zirkonoxid mit einer Korngrößenfraktion im Bereich zwischen 1 bis 200 µm, Sintermetallpartikel, insbesondere Edelstahlsintermetallpartikel mit einer Korngröße zwischen 1 und 500 µm und einer Porengröße zwischen 0 und 30 µm und/oder aus Fasern, vorzugsweise Edelstahlfasern oder Kohlenstofffasern, mit einer Faserdicke zwischen 1 und 100 µm und einer Faserlänge von 0,05 bis 5 mm. Diese spezifisch schwere Komponente a) bewirkt einen stabilen, dauerhaften Filterkuchen.

Als Kunststofffasern entsprechend der Komponente b) sind solche aus Polyäthylen (PE), vorzugsweise High-Density-Polyäthylen (HDPE), Polypropylen (PP), halogenierte Polyäthylen, Polyoxyethylene, Polyamide, vorgesehen. Als Zellulosefasern wird bevorzugt Zellulose verwendet. Die Zellulose wird durch chemische Behandlung von allen löslichen Bestandteilen befreit und ist laugenbeständig. Bei dem erfundungsgemäßen Verfahren wird demgemäß der anzuschwemmende Filterkuchen vorteilhaft im wesentlichen durch die Komponenten a) und b2 gebildet. Dabei ist wesentlich, daß alle Komponenten der Filterhilfsmittelmischung vor ihrer Verwendung bis zu ihrer Homogenisierung lange und intensiv in nasser Phase zusammengerührt werden.

Gegenstand der Erfundung ist ferner ein Verfahren zum Vorund Nachklären von Flüssigkeiten mit einer Filterhilfsmittelmischung entsprechend einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 11. Dabei wird so vorgegangen, daß mit ein und derselben Filterhilfsmittelmischung (FHIM) zunächst eine Vorfiltration und anschließend eine Nachfiltration durchgeführt wird, indem bei der Vorfiltration dem Unfiltratstrom laufend eine FHM-Mischung zudosiert wird und so ein Filterkuchen mit einer Dicke von etwa 10 bis 50 mm angeschwemmt wird. Durch diesen kontinuierlichen Filterkuchenbau, der sogenannten Anschwemmfiltration, ist der Einstrom einer maximalen Trübungsmenge in den Filterkuchen möglich. Nach Erschöpfung des Trubraumes im

Filterapparat oder nach Erreichen der maximal zulässigen Druckdifferenz werden dann die im Filterkuchen zurückgehaltenen Bestandteile der Filterflüssigkeit durch Lösungsmittel, in denen die zurückgehaltenen Bestandteile löslich sind, herausgespült. Dies kann beispielsweise durch eine 0,1- bis 10gew.%ige wäßrige Natriumhydroxid- und/oder Sodalösung bei einer Temperatur von 40 bis 100°C ohne Beeinträchtigung der FHM-Mischung und damit ohne Beeinträchtigung ihrer Filtrationsaktivität erreicht werden. Die so vorfiltrierte Flüssigkeit wird dann zur Nachfiltration wieder über den bei der Vorfiltration gebildeten, freigespülten und sterilisierten Filterkuchen zwecks Tiefenfiltrierung gefiltert, wonach schließlich nach Beendigung dieser Filtration die im Filterkuchen zurückbehaltene Bestandteile wieder mit entsprechenden Lösungsmitteln aus dem Filterkuchen herausgespült werden. Der Filterkuchen wird dann aus dem Filter ausgetragen, in einen getrennten Behälter überführt, homogen suspendiert und danach zur erneuten Anschwemmfiltration verwendet. Etwa im Filterkuchen zurückbehaltene Trubstoffe werden dabei auch im resuspendierten Zustand bei Bedarf aus der FHM-Suspension mit geeigneten Lösungsmitteln, beispielsweise 1%iger NaOH von 70 bis 80°C herausgelöst. Dieses Verfahren kann in diskontinuierlicher Weise in einem einzigen geschlossenen Filter, beispielsweise einem Kesselfilter, durchgeführt werden. Das Verfahren kann auch kontinuierlich erfolgen, indem in einem ersten Filter die Anschwemmung des Filterkuchens mit Vorfiltration erfolgt und in einem nachgeschalteten zweiten Filter die Nachfiltration (Tiefenfiltrierung) über einen vor der Filtration aufgebauten Filterkuchen unter Verwendung ein- und derselben FHM-Mischung oder der grundsätzlich gleichen FHM-Mischung mit jedoch unterschiedlichen Mischverhältnissen durchgeführt wird.

Nachstehend wird ein Beispiel für die Durchführung des Verfahrens angegeben:

Zunächst werden Mischungskomponenten a) und b) bzw. a) und b2) für die Vorfiltration gemäß Hauptanspruch oder für eine Vor- und Nachfiltration mit zusätzlich dritter Mischkomponente durch langes Röhren zu einem einheitlichen Gemisch homogenisiert und aus einem Dosierbehälter in einen Wasserkreislauf auf die Filterelemente des Filters so lange vorangeschwemmt, bis auf diesen etwa 1000 bis 2000 g/m<sup>2</sup> angeschwemmt sind. Diese Voranschwemmung ist zweckmäßig, weil die Gewebeporen des Filterelements, die eine Größe von etwa 50 bis 80 µ haben können, zur Erzielung einer qualitativ hochwertigen Filterung durch diese Voranschwemmung minimal klein gehalten werden sollten. Nach dem Voranschwemmen wird dann weiteres FHM-Gemisch zusammen mit Unfiltrat in den Filter eingespeist, und zwar so lange, bis der Trubraum aufgebraucht oder die zulässige Druckdifferenz des Kessels erreicht ist. Dabei werden Filterkuchen von etwa 20 bis 25 mm Dicke aufgebaut, wonach die Filtration durch Abstellen der Förderpumpe beendet wird. Das restliche Unfiltrat wird anschließend mittels Druckgas über den Filterkuchen zwecks Entleerung des Kessels herausgedrückt. Im Anschluß hieran kann die Regeneration der FHM-Mischung erfolgen, indem der Kessel mit Wasser bzw. Heißwasser – wenn die Druckdifferenz entsprechend hoch ist bzw. die Trubstoffe nicht wasserlöslich sind, gegebenenfalls unter Zusatz von Lauge – aufgefüllt, wobei das zur Regeneration eingefüllte Medium im Kreislauf geführt wird. Danach wird der Filter wieder entleert und der Filterkuchen mit Wasser so lange ge-

spült, bis der Filterkuchen wieder neutral ist. Wenn alle Reste herausgewaschen sind, wird der im Filter aufgebaute, sterilisierte Filterkuchen für die Nachfiltration bzw. Feinsfiltration des vorfiltrierten Produktes verwendet, indem zunächst der regenerierte und sterilisierte Filterkuchen konditioniert wird und dann die Nachfiltration in Form einer Tiefenfiltration über den aufgebauten Filterkuchen ohne laufende FHM-Dosage durchgeführt wird.

Nachstehend wird noch ein Beispiel für die Konditionierung des Filterkuchens angegeben, welche während des Verfahrens stattfindet.

Ein aus 50% PE-Fasern mittlerer Faserlänge von 1 bis 2 mm und einer mittleren Faserdicke von 30 µm und 15 20% Zirkondioxidfasern sowie 30% Zirkondioxidgranulat mittlerer Partikelgröße von etwa 40 µm bestehender Filterkuchen, der gegen ein 10gew.%iges Lösungsmittel, vorzugsweise Wasser, Laugen, Säuren und/oder Oxidationsmittel, inert ist, wird nach erfolgter Anschwemmung und Spülung gemäß den angegebenen Lösungsmitteln konditioniert, indem der Filterkuchen durch Entwässern bei einem Druck von beispielsweise 5 bar mit Inertgas, beispielsweise CO<sub>2</sub>, um ca. 20% in seiner Höhe verringert wird und dadurch eine gewünschte Permeabilität erhält. Die angegebenen Lösungsmittel sind so beschaffen, daß die im Filterkuchen retentierten Komponenten aus dem Unfiltrat löslich sind und eine Temperaturbeständigkeit bis mindestens 100°C haben. Die erfundengemäße FHM-Mischung weist somit eine Morphologie und Feinstruktur auf, die ihre Filtrationsaktivität bei wiederholten Filtrier- und Regenerationsvorgängen nicht verliert und daher ständig wiederverwendbar ist. Darüber hinaus weist der Filterkuchen, bestehend aus der erfundengemäßen FHM-Mischung, einen stark temperaturabhängigen Ausdehnungskoeffizienten auf, der ein Freispülen der retentierten partikulären Teilchen aus dem Filterkuchen erleichtert.

Das Verfahren wird nachstehend noch anhand der Zeichnung näher erläutert:

Die zu filtrierende Flüssigkeit wird über die Leitung 1 der Filtrationseinrichtung 4 zugeführt und verläßt diese über die Leitung 2. Die Vorkräzung (Vorfiltration) erfolgt bei laufender Dosage der FHM mittels der Dosierpumpen P<sub>2</sub>, P<sub>3</sub> in die zu filtrierende Flüssigkeit (Unfiltratstrom), wobei der Filterkuchen angeschwemmt wird. Die für den jeweiligen Anwendungsfall geeignete FHM-Mischung wird hierzu in dem Behälter 3 beispielsweise in Wasser oder in der zu filtrierenden Flüssigkeit in einem Gewichtsverhältnis von 1 : 5 bis 1 : 50, vorzugsweise 1 : 10 bis 1 : 25, angesetzt und suspendiert. Als geeignet hat sich beispielsweise eine Zusammensetzung des Gemisches aus höchstens 75% PE-Fasern, vorzugsweise 20 bis 60% mittlerer Faserlänge 1,2 mm, mittlerer Faserdicke 30 µm, 10 bis 40% Zirkondioxidfasern, bevorzugt 15 bis 20%, sowie 10 bis 50% Zirkondioxidgranulat, vorzugsweise 25 bis 45% mittlerer Partikelgröße von eta 40 µm erwiesen. Nach Beendigung der Vorkräzung (Vorfiltration) werden die im Filterkuchen aus dem Unfiltrat retentierten Bestandteile mit geeigneten Lösungsmitteln herausgelöst bzw. herausgespült.

Wie schon erwähnt, sind geeignete Lösungsmittel Wasser mit einer Temperatur von 50 bis 100°C, vorzugsweise 70 bis 90°C, 0,5- bis 2gew.%ige wäßrige Na-OH-Lösungen mit Temperaturen von vorzugsweise 70 bis 90°C, 1- bis 2gew.%ige wäßrige HNO<sub>3</sub>-Lösungen sowie 0,1- bis 0,3gew.%ige Peressigulfur- bzw. Wasserstoffperoxydlösungen mit einer Temperatur von 20 bis

40°C.

Sofern die geforderte Qualität es erfordert, kann über den bei der Vorklärung aufgebauten Filterkuchen eine Nachfiltration hine laufende FHM-Zugabe über den konditionierten Filterkuchen (Tiefenfiltration) erfolgen. Die danach erforderliche Freispülung des Filterkuchens erfolgt in gleicher Weise wie nach der Vorklärung. Danach wird der Filterkuchen vom Filter mittels Druck über die Leitung 9 in einen separaten Tank, z. B. in den Behälter 3, überführt und kann für eine weitere Vorfiltration erneut eingesetzt werden.

Gegenstand der Erfindung ist ferner eine Mischung insbesondere zum Filtrieren von Getränken, chemischen, pharmazeutischen oder ähnlichen Flüssigkeiten, vorzugsweise im Wege der Vor- und/oder Nachfiltration zur Anschwemmung von wiederverwendbarem Filterkuchen, die sich durch folgende Komponenten kennzeichnet:

- a) spezifisch schwere, chemisch beständige Metall- und/oder Metallocide und/oder Kohlenstoffteilchen faseriger und/oder körniger Struktur,
- b) Kunststoff- und/oder Zellulosefasern mit einer Faserlänge von 1 bis 5000 µm und einer Faserdicke von 0,5 bis 100 µm und/oder b2) Kunststoff- und/oder Zellulosefasern, insbesondere Kunststoff-Fibrillen, mit einer Faserlänge von 500 bis 5000 µm und einer Faserdicke von 0,5 bis 20 µm.

Die aus den Komponenten a), b) bestehende Mischung ist zur Vorklärung geeignet und kann für hohe Qualitätsansprüche an das zu klärende Produkt insbesondere für die Nachfiltration (Tiefenfiltration) —: — Komponente b2) entsprechend den gewünschten Qualitätsanforderungen ergänzt werden. Wesentlich für die gewünschte Filtrationsaktivität ist, daß mindestens ein Teil der Kunststoff- und/oder Zellulosefasern mechanisch, beispielsweise durch trockenes Mahlen oder durch Fibrillieren in Längsrichtung aufgeschlossen ist, um eine den Filtrationswirkungsgrad günstig beeinflussende Struktur der Fasern zu erhalten. Diese fibrillierte bzw. mechanische Aufschließung mindestens eines Teils vorzugsweise der Kunststoff-Fasern (PE-Fasern) ist beim Einsatz der Komponenten für die Nachklärung besonders wichtig. Die Fibrillierung kann in bekannter Weise naß erfolgen, während eine mechanische Aufspaltung von Fasern zweckmäßig im Wege des Trockenmahls beispielsweise mittels Holzmühlen erfolgen kann.

## Patentansprüche

1. Verfahren zum Filtrieren von Getränken, chemischen, pharmazeutischen oder ähnlichen Flüssigkeiten durch Abtrennen unlöslicher Teilchen bzw. solchen mit kolloiden Strukturen aus der Flüssigkeit, bei welchem verschiedene Filterhilfsmittel (FHM)-Komponenten der unbehandelten, also Trubstoffe aufweisenden Flüssigkeit (Unfiltrat) zwecks Bildung eines Filterkuchens durch Anschwemmung zudosiert werden, danach die nach der Anschwemmung im Filterkuchen zurückgehaltenen Feststoffteilchen herausgespült und die Filterhilfsmittel sowie etwa zugegebene Stabilisierungsmittel zwecks Wiederverwendung regeneriert werden, dadurch gekennzeichnet, daß zur Anschwemmung des Filterkuchens eine Mischung von Filterhilfsmitteln unterschiedlicher morphologischer und

physikalischer Eigenschaften als Komponenten verwendet wird, die gegen Lösungsmittel, beispielsweise Wasser, Laugen, Säuren, in den zur Reinigung notwendigen Konzentrationen beständig, also inert, sind, dadurch bei Regeneration ihre Filtereigenschaften aufrechterhalten, die mindestens folgende Bestandteile enthält:

- a) eine die Anschwemmung des Filterkuchens bewirkende, seine Dichte erhöhende Komponente von spezifisch schweren, chemisch beständigen Metall- und/oder Metalloxid- und/oder Kohlenstoff-Teilchen faseriger und/oder körniger Struktur,
- b) einer weiteren aus Kunststoff- und/oder Zellulosefasern mit einer Faserlänge von 1 bis 5000 µm und einer Faserdicke von 0,5 bis 100 µm.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zur Vergrößerung des Filterkuchenvolumens und damit des Trubraumes die Komponente "b" aus trockengemahlenen bzw. gekürzten Kunststoff- und/oder Zellulosefasern (Komponente b1) besteht.

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die trockengemahlenen bzw. gekürzten Kunststoff- und/oder Zellulosefasern (Komponente b1) eine Faserlänge von 1 bis 5000 µm und eine Faserdicke von 2 bis 100 µm aufweisen.

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zur Erhöhung der Filtrationsstärke des Filterkuchens die Komponente b) aus fibrillierten bzw. aufgespleißten Kunststoff- und/oder Zellulosefasern (Komponente b2) besteht.

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die fibrillierten bzw. aufgespleißten Kunststoff- und/oder Zellulosefasern (Komponente b2) eine Faserlänge von 500 bis 5000 µm und eine Faserdicke von 0,5 bis 20 µm aufweisen.

6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponente b) sowohl aus trockengemahlenen bzw. gekürzten Kunststoff- und/oder Zellulosefasern (Komponente b1) gemäß Anspruch 2 oder 3 als auch aus fibrillierten bzw. aufgespleißten Kunststoff- und/oder Zellulosefasern (Komponente b2) gemäß Anspruch 4 oder 5 besteht.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die spezifisch schwere Mischkomponente aus folgenden Einzelbestandteilen oder aus Mischungen dieser Bestandteile besteht, nämlich hochkalzinierte Oxide, vorzugsweise  $\alpha$ -Aluminimumoxid, Zirkonoxid mit einer Korngrößenfraktion im Bereich zwischen 1 bis 200 µm, Sintermetallpartikel, insbesondere Edelstahluntermetallpartikel, mit einer Korngrößenfraktion zwischen 1 und 500 µm und einer Porengröße zwischen 0 bis 30 µm,

Fasern, vorzugsweise Edelstahlfasern oder Kohlenstoff-Fasern, mit einer Faserdicke zwischen 1 und 100 µm und einer Faserlänge von 0,05 bis 5 mm.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Kunststoff-Fasern aus Polyäthylen (PE), vorzugsweise High-Density-Polyäthylen (HDPE), polypropylen (PP), halogenierte Polyäthylen, Polyoxycarbonylen, Polyamiden, bestehen.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß als Zellulosefasern

$\alpha$ -Zellulose verwendet wird.

10. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9, gekennzeichnet dadurch, daß der anzuschwemmende Filterkuchen im wesentlichen durch die Komponenten a) und b2) gebildet wird. 5
11. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß alle Komponenten der Filterhilfsmittelmischung vor ihrer Verwendung bis zu ihrer Homogenisierung in nasser Phase zusammengerührt werden. 10
12. Verfahren zum Vor- und Nachklären von Flüssigkeiten mit einer Filterhilfsmittelmischung gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß mit ein- und derselben Filterhilfsmittelmischung (FHM) zunächst eine Vorfiltration und anschließend eine Nachfiltration durchgeführt wird, indem bei der Vorfiltration dem Unfiltratstrom laufend eine FHM-Mischung zudosiert wird und so ein Filterkuchen mit einer Dicke von etwa 10 bis 50 mm angeschwemmt wird, wobei 20 durch den kontinuierlichen Filterkuchenaufbau (Anschwemmfiltration) der Einbau einer maximalen Trübungsstoff-Menge in den Filterkuchen möglich ist, nach Erschöpfung des Trubraums im Filterapparat oder Erreichen der maximal zulässigen Druckdifferenz werden die im Filterkuchen zurückgehaltenen Bestandteile der Filterflüssigkeit durch Lösungsmittel, in denen die zurückgehaltenen Bestandteile löslich sind, beispielsweise durch eine 0,1- bis 10gewichtsprozentige wäßrige Natriumhydroxid- und/oder SodaBeugung bei einer Temperatur von 40 bis 100°C ohne Beeinträchtigung der FHM-Mischung und damit ihrer Filtrationsaktivität herausgespült und die so vorbereitete Flüssigkeit zur Nachfiltration wieder über den bei der Vorfiltration gebildeten, freigespülten und sterilisierten Filterkuchen zwecks Tiefenfiltrierung gefiltert wird und daß nach Beendigung dieser Filtration die im Filterkuchen zurückgehaltenen Bestandteile wieder mit entsprechenden Lösungsmitteln aus dem Filterkuchen herausgespült werden, worauf der Filterkuchen aus dem Filter ausgetragen, in einen getrennten Behälter überführt, homogen suspendiert und danach zur erneuten Anschwemmfvorfiltration verwendet wird, wobei etwa 30 im Filterkuchen zurückgehaltenen Trübstoffe auch im resuspendierten Zustand bei Bedarf aus der FHM-Suspension mit geeigneten Lösungsmitteln, beispielsweise 1%iger NaOH von 70 bis 80°C, herausgelöst werden. 40
13. Verfahren nach Anspruch 12, gekennzeichnet dadurch, daß es diskontinuierlich in einem einzigen geschlossenen Filter, beispielsweise einem Kesselfilter, durchgeführt wird. 45
14. Verwendung des Verfahrens nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 13, zum Nachklären von Getränken, chemischen, pharmazeutischen oder anderen Flüssigkeiten (Sterilisationfiltration/Tiefenfiltration). 50
15. Mischung, insbesondere zum Filtrieren, von Getränken, chemischen, pharmazeutischen oder ähnlichen Flüssigkeiten vorzugsweise im Wege der Vor- und/oder Nachfiltration zur Anschwemmung und Wiederverwendung des Filterkuchens, dadurch gekennzeichnet, daß die Mischung aus folgenden Bestandteilen zusammengesetzt ist: 55

a) spezifisch schwere, chemisch beständige Metall- und/oder Metallocide und/oder Koh-

lenststeilchen faseriger und/oder körniger Struktur,

b) Kunststoff- und/oder Zellulosefasern mit einer Faserlänge von 1 bis 5000 µm und einer Faserdicke von 0,5 bis 100 µm.

16. Mischung nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß die spezifisch schwere Mischkomponente aus folgenden Einzelbestandteilen oder aus Mischungen dieser Bestandteile besteht, nämlich hochkalzinierte Oxide, vorzugsweise  $\alpha$ -Aluminiumoxid, Zirkonoxid mit einer Korngrößenfraktion im Bereich zwischen 1 bis 200 µm, Sintermetallpartikel, insbesondere Edelstahlsintermetallpartikel, mit einer Korngrößenfraktion zwischen 1 und 500 µm und einer Porengröße zwischen 0 bis 30 µm. Fasern, vorzugsweise Edelstahlfasern, Glasfasern oder Kohlenstoff-Fasern, mit einer Faserdicke zwischen 1 und 100 µm und einer Faserlänge von 0,05 bis 5 mm.
17. Mischung nach Anspruch 15 oder 16, dadurch gekennzeichnet, daß die Mischung die Komponenten b1 und/oder b2 enthält.
18. Mischung nach Anspruch 17, dadurch gekennzeichnet, daß sie die Komponenten a, b1 und b2 enthält.
19. Mischung nach einem der Ansprüche 15 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß die Kunststoff-Fasern aus Polyäthylen (PE), vorzugsweise High-Density-Polyäthylen (HDPE), Polypropylen (PP), halogenierte Polyäthylen, Polyoxymethylen, Polyamiden mit einer Faserlänge von 500 bis 5000 µm und einer Faserdicke von 2 bis 100 µm bzw. aus Mischungen davon bestehen.
20. Mischung nach einem der Ansprüche 15 bis 19, dadurch gekennzeichnet, daß als Zellulosefasern  $\alpha$ -Zellulose vorgesehen ist.
21. Mischung nach einem der Ansprüche 15 bis 20, dadurch gekennzeichnet, daß die Mischung homogenisiert und zur Verwendung in feuchtem Zustand gehalten ist.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen